

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3348162号

(P3348162)

(45)発行日 平成14年11月20日 (2002. 11. 20)

(24)登録日 平成14年 9 月13日 (2002. 9. 13)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

G 0 1 N 11/16

G 0 1 N 11/16

A

19/00

19/00

B

B

請求項の数 4 (全 5 頁)

(21)出願番号 特願2000-135722(P2000-135722)
(22)出願日 平成12年 5 月 9 日 (2000. 5. 9)
(65)公開番号 特開2001-318040(P2001-318040A)
(43)公開日 平成13年11月16日 (2001. 11. 16)
審査請求日 平成12年 5 月 9 日 (2000. 5. 9)

(73)特許権者 302039715
シービーシーマテリアルズ株式会社
東京都中央区月島二丁目15番13号
(72)発明者 三浦 ▲しん▼介
東京都大田区中馬込 3 丁目28番 7 号 山
一電機株式会社内
(74)代理人 100070323
弁理士 中畑 孝

審査官 山口 剛

(56)参考文献 特開 平 8 - 261915 (J P, A)
特開 平 9 - 89746 (J P, A)
特開 平 9 - 96600 (J P, A)
実開 昭62-133155 (J P, U)
特表 平 9 - 512096 (J P, A)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 液体の粘性測定法と粘弾性測定法並びに粘弾性測定装置

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】振動子にて検液子を振動させ、この検液子の液体内における振動を検出し、この振動から液体の粘性を測定する液体の粘性測定法において、上記振動から液体固有の粘弾性に起因して変化する周波数と振幅を検出し、該周波数と振幅から液体のインピーダンスを求め、該インピーダンスの実数部及び虚数部から動的粘性値を求めることを特徴とする液体の粘性測定法。

【請求項 2】振動子にて検液子を振動させ、この検液子の液体内における振動を検出し、この振動から液体の粘10性と弾性を測定する液体の粘弾性測定法において、上記振動から液体固有の粘弾性に起因して変化する周波数と振幅を検出し、該周波数と振幅から液体のインピーダンスを求め、該インピーダンスの実数部及び虚数部から動的粘性値と動的弾性値を求めることを特徴とする液体の

2

粘弾性測定法。

【請求項 3】振動子にて検液子を振動させ、この検液子の液体内における振動を検出し、この振動から液体の粘性と弾性を測定する液体の粘弾性測定法において、上記振動から液体固有の粘弾性に起因して変化する周波数と振幅を検出し、該周波数と振幅から液体のインピーダンスを求め、該インピーダンスの実数部及び虚数部から液体の動的粘性値と動的弾性値と静的粘性値を求めることを特徴とする液体の粘弾性測定法。

【請求項 4】振動子を駆動源として液体内において共振される検液子と、該検液子の液体内における振動の周波数を検出する回路と、該振動の振幅を検出する回路と、該振動における周波数と振幅から上記振動子のインピーダンスを演算する回路と、該インピーダンス演算回路により演算されたインピーダンスの実数部と虚数部から液

体の動的粘性値と動的弾性値と静的粘性値を演算する回路とから成ることを特徴とする液体の粘弾性測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は振動形検液装置を用いて測定液の粘性と粘弾性とを適正に把握できるようにした、液体の粘性測定法と粘弾性測定法と粘弾性測定装置に関する。

【0002】

【従来の技術】特公平5-20692号等に代表される振動形検液装置Uは、図2に示すように、圧電素子から成る圧電振動子1の振動を振動伝達軸2を介して検液子3に伝達して共振させ、該検液子3を測定液4中に浸着して振動させることにより液体の粘性抵抗を感知し、この粘性抵抗に応じた振動の振幅を伝達軸2端に設けた圧電素子から成る角加速度センサー5により検出して粘性を測定する方法を採っている。

【0003】即ち複数の粘度標準液(JISに定められているニュートン液体)における振動の静的粘性値(粘度)対振幅の曲線を予め求めて置き、他方実際の測定液の振動の振幅を求め、上記静的粘性値(粘度)対振幅の曲線上における該振幅に相当する粘性値を、該測定液の粘性値と看做す測定法を採っていた。つまり振幅を粘性値を定める変数と看做す測定法を採っていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記のように、液体内における検液子の振動の振幅から静的粘性値を求め、これを液体の粘性としているが、この測定法は一般にニュートン液体として取り扱われている水やガソリンやオイル等の測定液が真にニュートン液体と等価的な液体であるという前提に立つならば、正しい測定法であると言える。

【0005】一方フィルム感光剤等の高分子溶液や紙のコーティング材の如き粘弾性を富有する液体についてもニュートン液体と看做し、上記ニュートン液体に基づく測定法を適用していたが、これら液体はニュートン液体では予定されていない粘弾性を富有しているため、上記測定法による粘性値は実際の粘性値を正しく反映しているとは言い難い。

【0006】発明者はこの点を解明すべく、上記非ニュートン液体並びにニュートン液体について様々な共振周波数の検液子を用いその粘性測定を重ねた結果、この検液子の振動により検出される動的粘性値が液体の粘性並びに粘弾性の測定要素として重要な要素となっており、且つこれらの液体における上記動的粘性値は上記静的粘性値と必ずしも等価ではなく、この動的粘性値と静的粘性値の差は振動の周波数が増加する程顕著(動的粘性値は周波数依存性が高い)となることから、動的粘性値は周波数を介して粘性と粘弾性を反映していることを見出した。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記考察に基づき、振動子にて検液子を振動させて液体内における振動を検出し、この振動から液体の粘性又は弾性を測定する液体の粘性測定法、又は粘弾性測定法において、上記振動から液体固有の粘弾性に起因して変化する周波数と振幅を検出し、該周波数と振幅から液体のインピーダンスを求め、該インピーダンスの実数部及び虚数部から動的粘性値又は／及び動的弾性値を求める。

【0008】又は上記振動から液体固有の粘弾性に起因して変化する周波数と振幅を検出し、該周波数と振幅から液体のインピーダンスを求め、該インピーダンスの実数部及び虚数部から上記動的粘性値と動的弾性値と静的粘性値を求める。

【0009】上記方法によって、円方向振動等の往復振動モードを有する振動形検液装置を用いた場合における、上記粘弾性を有しない液体から粘弾性を富有する液体に至る各種測定液の粘性値と粘弾性値を的確に把握することができる、液体の粘性測定法と粘弾性測定法を提供するものである。

【0010】又振動子を駆動源として液体内において共振される検液子と、該検液子の液体内における振動の周波数を検出する回路と、該振動の振幅を検出する回路と、該振動における周波数と振幅から上記振動子のインピーダンスを演算する回路と、該インピーダンス演算回路により演算されたインピーダンスの実数部と虚数部から液体の動的粘性値と動的弾性値と静的粘性値を演算する回路とから成る液体の粘弾性測定装置を提供するものである。

【0011】殊に本発明は、シリコンオイル、合成樹脂製品の原料である合成樹脂液の如き高分子溶液の物性を左右する粘弾性的性質(粘性と弾性)を、高精度且つリアルタイムで容易に測定できる測定法と装置を提供するものである。

【0012】

【発明の実施の形態】図2に示す電気-機械変換手段である圧電素子から成る振動子1、又は図示しないが、磁力により検液子を振動せしめる磁気-機械変換手段から成る振動子1と検液子3とを振動伝達軸2を介して振動軸線が一致する線上において直結し、振動子1の振動をこの振動伝達軸2を介して検液子3に伝達して共振させる測定法を用い、即ち三者1、2、3を所定の共振周波数を以て共振させる測定法を用い、該検液子3を測定液4中に浸着して振動(共振)させることにより液体の粘性抵抗を感知し、この粘性抵抗に応じた振動の振幅と周波数を伝達軸2の検液子3とは反対の端部に設けた圧電素子から成る角加速度センサー5により検出して粘性を測定する方法を採る。

【0013】上記振動子1、振動伝達軸2、検液子3、角加速度センサー5で振動形検液装置Uが構成され、こ

の振動形検液装置Uで振動される振動子1の振動形態は、上記軸線を中心とする円軌跡上において一定の回転角を以て往復動する円方向振動モードでの共振である。

【0014】上記振動子1にて検液子3を振動（共振）させ、この検液子3の液体4内における振動（共振）の変化を検出し、この振動の変化から液体4の粘性を測定する液体の粘性測定法であり、この粘性測定法において上記変化した振動（共振）の周波数と振幅から液体4の動的粘性値を求め、これから液体4の粘性を把握する。

【0015】この発展例として、振動子1にて検液子3を振動（共振）させ、この検液子3の液体4内における振動（共振）の変化を検出し、この振動の変化から液体4の粘性と弾性を測定する液体4の粘弾性測定法において、上記変化した振動の周波数と振幅から液体4の動的粘性値を求め、更に同周波数と振幅から液体4の動的弾性値を求め、これから上記液体4の粘弾性を把握する。

【0016】更に他の発展例として、振動子1にて検液子3を振動（共振）させ、この検液子3の液体4内における振動（共振）の変化を検出し、この振動の変化から液体4の粘性と弾性を測定する液体4の粘弾性測定法において、上記変化した振動の周波数と振幅から液体の動的粘性値を求め、更に上記振動の周波数と振幅から液体の動的弾性値を求め、上記動的粘性値と動的弾性値から静的粘性値を求め、これらから上記液体4の粘性と粘弾性を把握する。

【0017】次に図1に基づき液体の粘性測定法と粘弾性測定法の回路例について説明する。

【0018】上記振動子1と角加速度センサー5に発振制御回路6を介して、共振周波数を検出する周波数検出回路7と、該共振周波数における振幅を検出する振幅検出回路8とを並列に接続する。

【0019】更に上記周波数検出回路7と振幅検出回路8に、その振動における周波数と振幅から振動子1のインピーダンスを演算するインピーダンス演算回路9を接続し、このインピーダンス演算回路9に動的粘性値と動的弾性値の演算回路10aと、静的粘性値の演算回路10bを接続する。

【0020】上記インピーダンス演算回路9は、振動子1のインピーダンスの実数部と虚数部を演算し、この演算値から演算回路10a、10bにて動的粘性値と、動的弾性値と、静的粘性値を演算する。これを表示部11に表示する。

【0021】上記発振制御回路6はPLL（フェーズロック回路）から成り、前記ニュートン液体及び非ニュートン液体に相当する各種液体4に検液子3を浸着して共振させた場合における、振動子1の駆動電圧信号と角加速度センサー5の出力電圧信号の位相を対比し、常に両者の位相が所定の位相差になるように制御する。即ち振動子1が検液子3を液体4に浸着した時の共振周波数で常に共振するように発振する発振制御回路である。

【0022】又上記振動形検液装置Uに温度センサー12を一体に具備させ、検液子3を液体4に浸着した時に、温度センサー12が同時に浸着されるようにし、この温度センサー12で検出された温度を温度補正演算回路13に入力し、この温度補正演算回路13を上記インピーダンス演算回路9に接続し、温度補正演算回路13において演算された補正値をインピーダンス演算回路9における演算値として供し、このインピーダンス演算回路9にて、その時の温度における前記インピーダンスを正しく演算し、動的粘性値と動的弾性値の演算回路10aと、静的粘性値の演算回路10bへ出力し、表示部11にて表示する。

【0023】以上説明した液体の粘性測定法と粘弾性測定法について、下記の数式1乃至数式9を用いて更に説明する。

【0024】

【数1】

$$D = \frac{f_0 - f}{f_0}$$

【0025】

【数2】

$$X = \left\{ \frac{4D}{K(2-D)} \right\}^2$$

【0026】

【数3】

$$R = \left\{ \frac{V_0}{V} (x + \sqrt{N}) - x \right\}^2 \cdot \frac{1}{1-D}$$

【0027】

【数4】

$$\eta = \frac{1}{\rho} \cdot \sqrt{RX}$$

【0028】

【数5】

$$G = \frac{\omega}{2\rho} \cdot (R - X)$$

$$\omega = 2\pi f$$

【0029】

【数6】

$$Y = \frac{R - X}{R + X}$$

【0030】

【数7】

$$T = \sqrt{\frac{Y^2}{1 - Y^2}} = \frac{G}{\omega \eta}$$

【0031】

【数8】

7

8

$$\eta_0 = \frac{2}{\rho} \cdot \frac{RT}{Y(1+Y)} = \eta(1+T^2) = \frac{G}{\omega} \cdot \frac{1+T^2}{T}$$

【0032】

【数9】

$$\eta' = \eta - j \frac{G}{\omega}$$

【0033】＜数式1の説明＞

【0034】発振制御回路6によって駆動された振動子1は液体4中において共振周波数fで共振し、電気的な信号 $V \cdot \exp(j2\pi ft)$ を周波数検出回路7及び振

10

幅検出回路8に出力する。jは単位虚数である。周波数検出回路7は該信号から共振周波数fを検出し、これをインピーダンス演算回路9に入力する。

【0035】同様に、振幅検出回路8は上記電気的な信号から上記共振周波数fにおける振動振幅を電圧値Vとして検出し、インピーダンス演算回路9に出力する。

【0036】インピーダンス演算回路9に予め記憶させてある空気中（液体4中に浸漬しない状態）での共振周波数f0と、上記液体4中における共振周波数fとから、周波数偏差値Dを演算する。

【0037】＜数式2の説明＞

【0038】上記数式1で求めた周波数偏差値Dと、インピーダンス演算回路9に予め記憶させてある振動子1の寸法等によって定められる固有の常数Kを用いて、インピーダンスの虚数部を同虚数部の二乗に比例した値Xとして演算により求める。

【0039】＜数式3の説明＞

【0040】同様に、インピーダンス演算回路9に予め記憶させてある粘度標準液の粘性値及び密度等の粘度標準液の物性値により定まる固有の値Nと、上記粘度標準液に浸漬され共振させた時の電圧値V0、及び振動子1に固有で振動形検液装置Uの内部抵抗に比例した値χと上記電圧値Vと、数式1で求めた周波数偏差値Dを用い、インピーダンスの実数部を同実数部の二乗に比例した値Rとして演算により求める。

20

【0041】＜数式4、数式5の説明＞

【0042】上記数式2で求められた実数部に対応する値Rと数式3で求められた虚数部に対応する値Xを、動的粘性値と動的弾性値の演算回路10aに与え、数式4、数式5により動的粘性値η及び動的弾性値Gを演算する。ここでωは共振角周波数であり、上記共振周波数fとは数式5の下段の式で示される関係にある。又ρは液体の密度である。

40

【0043】＜数式6、数式7、数式8の説明＞

【0044】一方、静的粘性値の演算回路10bにおいては、数式2、3で求めたインピーダンスの実数部の二乗に比例した値Rと、インピーダンスの虚数部の二乗に比例した値Xを用いて、位相角のsinであるYと位相角のtanであるTを数式6、数式7により演算し、これら(R, Y, T)を用いて数式8により静的粘性値η

50

0を演算する。或いは上記数式4、5で求められた動的粘性値ηと動的弾性値Gと数式7より求められたTを用いて数式8により静的粘性値η0を求める。

【0045】＜数式9の説明＞

【0046】表示部11は動的粘性値ηと動的弾性値G及び静的粘性値η0を表示すると共に、数式9で求めた粘弾性値（複素粘性値）η'、位相角のtanの値Tを表示する。

【0047】前記温度センサー12で検出された温度を温度補正演算回路13に入力し、この温度補正演算回路13を上記インピーダンス演算回路9に接続し、温度補正演算回路13において演算された補正値をインピーダンス演算回路9における演算値として供し、このインピーダンス演算回路9にて、その時の温度における前記インピーダンスを正しく演算し、動的粘性値と動的弾性値の演算回路10aと静的粘性値の演算回路10bへ出力する。

【0048】温度補正演算回路13は、共振周波数の変動要因である温度による検液子3の熱伸縮による誤差を検出し、補正するために設けられたものであり、この演算回路13の出力をインピーダンス演算回路9に入力し、前記数式1乃至数式9の演算値の補正値として用いる。

【0049】検液子を一定方向に回転させる場合の如き、非振動モードで作動（一定の周波数で振動させる場合のような周波数の概念はない）させて液体の粘性を測定する場合を静的粘性値と言い、上記非振動モードでの測定では液体の粘弾性的性質を測ることができない。

【0050】他方検液子を一定の周波数を持つ振動モードで作動させて粘度を測定する場合の粘性値を動的粘性値と言い、本発明は後述するように、検液子3を振動モードで作動させて検出した周波数と振幅から、上記動的粘性値並びに動的弾性値と共に上記静的粘性値をも測定する。

【0051】水やガソリンのようなニュートン液体は動的粘性と静的粘性は等しいが、高分子溶液等の非ニュートン液体では動的粘性と静的粘性とは同一ではなく、動的粘性は周波数を変えると値が変動する。これは高分子溶液が粘弾性の性質を持っていることの証である。即ち高分子溶液は静的粘性と動的粘性と動的弾性を併せ持った性質を示す。

【0052】

【発明の効果】本発明によれば、粘弾性を有しない液体から粘弾性を富有する液体に至る各種測定液の粘性値と粘弾性値を的確に把握することができる、液体の粘性測定法と粘弾性測定法と同装置を提供できる。

【0053】殊にシリコンオイル、合成樹脂製品の原料である合成樹脂液の如き高分子溶液においては液体の粘

弾性的性質（動的粘性と動的弾性）がその物性の性能を左右する要素となり、その高精度の測定が求められるが、本発明はこの要請に適切に応えることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図2の振動形検液装置を用いた液体の粘性測定法と粘弾性測定法を実行する回路ブロックを示す図。

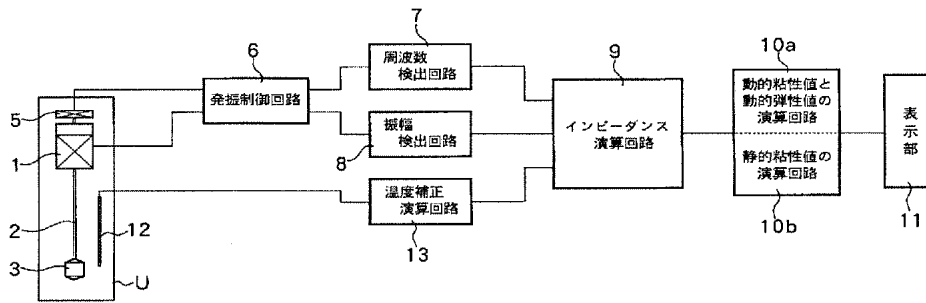
【図2】振動形検液装置を概示する側面図。

【符号の説明】

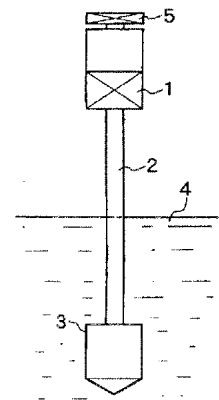
U 振動形検液装置
1 振動子
2 振動伝達軸
3 検液子

4 液体
5 角加速度センサー
6 発振制御回路
7 周波数検出回路
8 振幅検出回路
9 インピーダンス演算回路
10a 動的粘性値と動的弾性値の演算回路
10b 静的粘性値の演算回路
11 表示部
12 温度センサー
13 温度補正演算回路

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, D.B名)

G01N 11/00 - 11/16

G01N 19/00

J I C S T ファイル (J O I S)